



REC'D 11 AUG 2003
WIPO PCT

**Prioritätsbescheinigung über die Einreichung
einer Patentanmeldung**

Aktenzeichen: 102 32 432.8

Anmeldetag: 17. Juli 2002

Anmelder/Inhaber: LINDE AKTIENGESELLSCHAFT, Wiesbaden/DE

Bezeichnung: Verfahren und Vorrichtung zum Unterdruckaufkohlen

IPC: C 23 C 8/20

Die angehefteten Stücke sind eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlagen dieser Patentanmeldung.

München, den 13. Januar 2003
Deutsches Patent- und Markenamt
Der Präsident
Im Auftrag

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

Zusammenfassung

Verfahren und Vorrichtung zum Unterdruckaufkohlen

Es werden ein Verfahren und eine Vorrichtung zum Aufkohlen bei subatmosphärischen Drücken, wobei einem Behandlungsraum ein Kohlenwasserstoff-haltiges

5 Behandlungsgas zugeführt wird und aus dem Behandlungsraum ein Abgasstrom austritt, beschrieben.

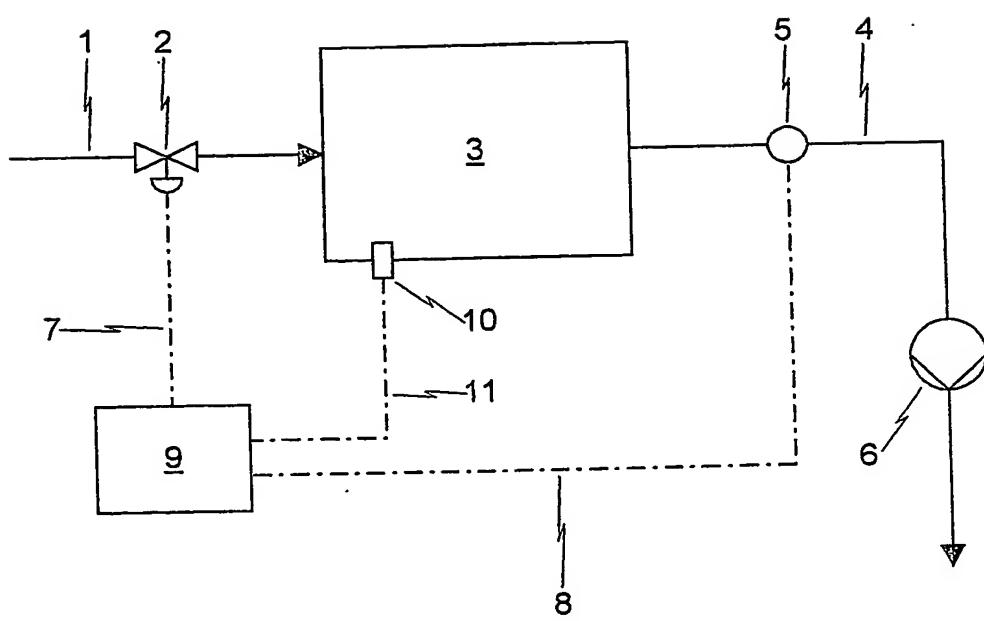
Erfindungsgemäß wird die Opazität der in dem Behandlungsraum (3) herrschenden Gasatmosphäre und/oder die Opazität des aus dem Behandlungsraum (3) austretenden Abgasstromes (4) ermittelt und in Abhängigkeit von der ermittelten Opazität die Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases (1) in den Behandlungsraum (3) geregelt.

Bei Überschreiten eines eingestellten oder einstellbaren Opazitätswertes kann die

15 Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases (1) in den Behandlungsraum (3) unterbrochen oder die Menge des dem Behandlungsraum (3) zugeführten Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases (1) reduziert werden.

Fig. 1/1

Fig.



Beschreibung

Verfahren und Vorrichtung zum Unterdruckaufkohlen

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Aufkohlen bei subatmosphärischen Drücken, wobei einem Behandlungsraum ein Kohlenwasserstoff-haltiges Behandlungsgas

5 zugeführt wird und aus dem Behandlungsraum ein Abgasstrom austritt.

Ferner betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zum Aufkohlen bei subatmosphärischen Drücken, aufweisend wenigstens einen Behandlungsraum, wenigstens eine Zuführleitung, über die dem Behandlungsraum ein Kohlenwasserstoff-haltiges Behandlungsgas zugeführt wird, und wenigstens eine Abpumpleitung, über die der 10 Abgasstrom mittels einer Abpumpvorrichtung aus dem Behandlungsraum abgezogen wird.

Ein gattungsgemäßes Verfahren zum Aufkohlen bei subatmosphärischen Drücken sind 15 bspw. aus dem Fachartikel "Die Beeinflussung der Kohlenstoffübertragung bei der Unterdruckaufkohlung", Fachzeitschrift HTM 54 (1999), bekannt.

Bei den zum Stand der Technik zählenden Verfahren und Vorrichtungen zum Aufkohlen bei subatmosphärischen Drücken – hierbei wird vorzugsweise bei Drücken 20 bis zu 20 mbar gearbeitet – stellt sich das Problem, dass bei einem Überschreiten der Rußgrenze ein Verrüßen der Anlage – also sowohl des Behandlungsraumes als auch der Abpumpleitung – erfolgt. Ferner kommt es im Inneren des Behandlungsraumes zu einer unerwünschten Teerbildung.

25 Die Ursache hierfür ist darin begründet, dass es bei der Zuführung einer vorgegebenen Menge und Zusammensetzung an bzw. eines Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases in den Behandlungsraum zu einem unkontrollierten Zersetzen von überschüssigen Kohlenwasserstoffen kommen kann. Ferner kann die berechnete Kohlenwasserstoff-Vorgabe zu niedrig sein, was im Ergebnis zu falschen 30 Berechnungen in der Kohlenstoffübergangs- und Kohlenstoffverlaufsrechnung führt.

Nachteilig bei den zum Stand der Technik zählenden Verfahren ist ferner, dass bei der Kalkulation des übertragenen Kohlenstoffes immer von der theoretischen Zusammensetzung des verwendeten Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases ausgegangen wird. Dies bedeutet beispielsweise, dass bei der Verwendung von

5 Propan als Kohlenwasserstoff-haltiges Behandlungsgas von der Zusammensetzung C_3H_8 ausgegangen wird. Bei der Verwendung von technischem Propan ist jedoch nur der Heizwert, nicht jedoch die exakte Zusammensetzung garantiert. Die Summe des Kohlenstoffes im technischen Propan ist daher nicht identisch mit dem theoretischen C-Gehalt von reinem Propan, der bei der Kalkulation der übertragenen
10 Kohlenstoffmenge berücksichtigt wird. Daraus resultieren ebenso Fehler im Berechnungsergebnis.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, ein gattungsgemäßes Verfahren sowie eine gattungsgemäßige Vorrichtung zur Aufkohlung bei subatmosphärischen Drücken
15 anzugeben, das bzw. die die vorgenannten Nachteile vermeidet.

Verfahrensseitig wird diese Aufgabe dadurch gelöst, dass die Opazität der in dem Behandlungsraum herrschenden Gasatmosphäre und/oder die Opazität des aus dem Behandlungsraum austretenden Abgasstromes ermittelt und in Abhängigkeit von der
20 ermittelten Opazität die Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases in den Behandlungsraum geregelt wird.

Vorrichtungsseitig wird die Aufgabe dadurch gelöst, dass in der Zuführleitung wenigstens ein Ventil angeordnet ist, in dem Behandlungsraum wenigstens eine Einrichtung zur Ermittlung der Opazität der in dem Behandlungsraum herrschenden Gasatmosphäre und/oder in der Abpumpleitung wenigstens eine Opazitätssonde angeordnet ist und eine Auswerteeinheit vorgesehen ist, die in Abhängigkeit von der mittels der Einrichtung zur Ermittlung der Opazität der in dem Behandlungsraum herrschenden Gasatmosphäre und/oder der Opazitätssonde ermittelten Opazität des
30 Abgasstromes die Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases in den Behandlungsraum durch Ansteuerung des Ventils regelt.

Das erfindungsgemäßes Verfahren, die erfindungsgemäßige Vorrichtung sowie weitere Ausgestaltungen des- bzw. derselben seien im Folgenden anhand des in der Figur
35 dargestellten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Die Figur zeigt einen lediglich schematisch dargestellten Behandlungsraum 3, dem über eine Zuführleitung 1 das Kohlenwasserstoff-haltige Behandlungsgas zugeführt wird. Als Kohlenwasserstoff-haltige Behandlungsgase werden vorzugsweise

5 verwendet: Alkane, Alkene, Alkine, Derivate der Vorgenannten, ggf. in Verbindung mit Wasserstoff.

Über die Abpumpleitung 4, in der eine Vakuumpumpe 6 angeordnet ist wird der gewünschte subatmosphärische Druck in dem Behandlungsraum 3 eingestellt. Wie
10 bereits erwähnt, wird vorzugsweise bei Drücken bis zu 20 mbar, vorzugsweise bei Drücken zwischen 3 und 20 mbar gearbeitet.

Erfindungsgemäß ist nunmehr in der Zuführleitung 1 ein Ventil, insbesondere ein Regelventil 2 angeordnet. Die Abpumpleitung 4 weist erfindungsgemäß eine
15 Opazitätssonde 5 auf. Sowohl das Regelventil 2 als auch die Opazitätssonde 5 sind über Datenleitungen 7 bzw. 8 mit einer Auswerteeinheit 9 verbunden. Die Auswerteeinheit (9) ermöglicht – entsprechend einer vorteilhaften Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung – die Einstellung eines Opazitätsgrenzwertes.

20 Erfindungsgemäß wird nunmehr die Opazität des aus dem Behandlungsraum 3 über die Abpumpleitung 4 austretenden Abgasstromes ermittelt bzw. gemessen und in Abhängigkeit von der ermittelten Opazität die Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases über die Zuführleitung 1 in den Behandlungsraum 3 geregelt.

25 Hierbei kann bei Überschreiten eines eingestellten bzw. einstellbaren Opazitätswertes des über die Abpumpleitung 4 aus dem Behandlungsraum 3 abgezogenen Abgasstromes die Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases über die Zuführleitung 1 in den Behandlungsraum 3 entweder gänzlich unterbrochen oder
30 die Menge des dem Behandlungsraum 3 zugeführten Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases zumindest reduziert werden. Wird der eingestellt bzw. einstellbare Opazitätswert wieder unterschritten, so kann die Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases in den Behandlungsraum 3 wieder aufgenommen bzw. die Menge des zugeführten Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases wieder erhöht

werden. Die Erfindung ermöglicht somit eine kontinuierliche Regelung des dem Behandlungsraum 3 zugeführten Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases.

Alternativ oder zusätzlich zu der in der Abpumpleitung 4 vorgesehenen Opazitätssonde

5 5 kann eine Einrichtung 10 zur Ermittlung der Opazität der in dem Behandlungsraum 3 herrschenden Gasatmosphäre vorgesehen sein. Diese Einrichtung 10 zur Ermittlung der Opazität ist über eine Datenleitung 11 ebenfalls mit der Auswerteeinheit 9 verbunden.

10 Die vorgenannte Einrichtung 10 zur Ermittlung der Opazität der in dem Behandlungsraum 3 herrschenden Gasatmosphäre kann auch als ein Beobachtungsstutzen ausgebildet sein. Die Einrichtung 10 zur Ermittlung der Opazität der in dem Behandlungsraum 3 herrschenden Gasatmosphäre ermöglicht eine chargennahe Messung der in dem Behandlungsraum 3 herrschenden Gasatmosphäre.

15 Verfälschende Effekte, die bspw. bei der Abkühlung des aus dem Behandlungsraum 3 abgezogenen Abgasstromes auftreten können, werden bei dieser Verfahrensvariante vermieden. Nachteilig bei dieser Verfahrensweise ist jedoch, dass das Ausscheiden von Aerosolen, das erst bei der Abkühlung des Abgasstromes erfolgt, in dem Behandlungsraum 3 selbst noch nicht sichtbar und damit feststellbar ist.

20 Das erfindungsgemäße Verfahren sowie die erfindungsgemäße Vorrichtung ermöglicht somit eine kontrollierte Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases in den Behandlungsraum, wodurch ein unkontrolliertes Zersetzen von überschüssigen Kohlenwasserstoffen in dem Behandlungsraum sowie der Abpumpleitung und damit

25 eine Ruß- und Teerbildung wirkungsvoll vermieden werden können. Ein Großteil der unerwünschten Ablagerungen innerhalb des Behandlungsraumes, an dem in dem Behandlungsraum zu behandelnden Material oder in der Abpumpleitung wird durch das erfindungsgemäße Verfahren bzw. durch die erfindungsgemäße Vorrichtung sicher vermieden.

30

Patentansprüche

1. Verfahren zum Aufkohlen bei subatmosphärischen Drücken, wobei einem Behandlungsraum ein Kohlenwasserstoff-haltiges Behandlungsgas zugeführt wird und aus dem Behandlungsraum ein Abgasstrom austritt, dadurch gekennzeichnet, dass die Opazität der in dem Behandlungsraum (3) herrschenden Gasatmosphäre und/oder die Opazität des aus dem Behandlungsraum (3) austretenden Abgasstromes (4) ermittelt und in Abhängigkeit von der ermittelten Opazität die Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases (1) in den Behandlungsraum (3) geregelt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass bei Überschreiten eines eingestellten oder einstellbaren Opazitätswertes die Zuführung des Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases (1) in den Behandlungsraum (3) unterbrochen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass bei Überschreiten eines eingestellten oder einstellbaren Opazitätswertes die Menge des dem Behandlungsraum (3) zugeführten Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases (1) reduziert wird.
4. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass in dem Behandlungsraum (3) ein Druck zwischen 3 und 20 mbar eingestellt wird.
5. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass als Kohlenwasserstoff-haltiges Behandlungsgas (1) Alkane, Alkene, Alkine oder Derivate der Vorgenannten, denen Wasserstoff zu gemischt werden kann, verwendet werden.

6. Vorrichtung zum Aufkohlen bei subatmosphärischen Drücken, aufweisend
wenigstens einen Behandlungsraum, wenigstens eine Zuführleitung, über die dem
Behandlungsraum ein Kohlenwasserstoff-haltiges Behandlungsgas zugeführt wird,
und wenigstens eine Abpumpleitung, über die der Abgasstrom mittels einer
5 Abpumpvorrichtung aus dem Behandlungsraum abgezogen wird, dadurch
gekennzeichnet, dass in der Zuführleitung (1) wenigstens ein Ventil (2)
angeordnet ist, in dem Behandlungsraum (3) wenigstens eine Einrichtung (10) zur
10 Ermittlung der Opazität der in dem Behandlungsraum (3) herrschenden
Gasatmosphäre und/oder in der Abpumpleitung (4) wenigstens eine
Opazitätssonde (5) angeordnet ist und eine Auswerteeinheit (9) vorgesehen ist,
die in Abhängigkeit von der mittels der Einrichtung zur Ermittlung der Opazität der
15 in dem Behandlungsraum (3) herrschenden Gasatmosphäre und/oder der
Opazitätssonde (5) ermittelten Opazität des Abgasstromes (4) die Zuführung des
Kohlenwasserstoff-haltigen Behandlungsgases (1) in den Behandlungsraum (3)
durch Ansteuerung des Ventils (2) regelt.

7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Ventil (2) ein
Regelventil ist.

20 8. Vorrichtung nach Anspruch 6 oder 7, dadurch gekennzeichnet, dass die
Auswerteeinheit (9) die Einstellung eines Opazitätsgrenzwertes ermöglicht.

Fig. 1/1

Fig.

